

HIGH PURITY SILICON CARBIDE HEATING ELEMENT AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

Patent number: JP2002338366
Publication date: 2002-11-27
Inventor: SHIMOYAMA NOBUYOSHI
Applicant: TOKAI KONETSU KOGYO KK
Classification:
- international: **H05B3/14; C04B35/565; C04B35/626; H05B3/14; C04B35/565; C04B35/626; (IPC1-7): C04B35/626; C04B35/565; H05B3/14**
- european:
Application number: JP20010150844 20010521
Priority number(s): JP20010150844 20010521

Report a data error here

Abstract of JP2002338366

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a high purity silicon carbide heating element having non-staining property and useful as heaters of various devices used in the semiconductor field or the like, required to be strictly kept free from contamination, and a method of producing the same. **SOLUTION:** The high purity silicon carbide heating element is formed from a silicon carbide sintered compact which is produced by mixing 60 to 80 wt.% high purity α -type silicon carbide powder A having an average particle diameter of $\leq 100 \mu\text{m}$ and containing Fe in an amount of $\leq 10 \text{ ppm}$, 10 to 20 wt.% high purity α -type silicon carbide powder B having an average particle diameter of $\leq 2 \mu\text{m}$ and containing Fe in an amount of $\leq 30 \text{ ppm}$, and 10 to 20 wt.% α -type silicon carbide powder C having an average particle diameter of $\leq 1 \mu\text{m}$ and containing Fe in an amount of $\leq 200 \text{ ppm}$ to obtain a silicon carbide mixed powder, then adding water to the silicon carbide mixed powder, kneading, slip casting the resulting slurry to obtain a formed body, firing the formed body under a non-oxidizing atmosphere at 1,800 to 2,200 deg.C, and subjecting the sintered compact to acid treatment to dissolve and remove impurities. It is preferable that the silicon carbide sintered compact contains Fe in an amount of $\leq 10 \text{ ppm}$, and has physical properties that the electrical specific resistance at room temperature is $\leq 0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ and the density is $\geq 2.5 \text{ g/cm}^3$.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-338366
(P2002-338366A)

(43) 公開日 平成14年11月27日 (2002. 11. 27)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 0 4 B 35/626		H 0 5 B 3/14	C 3 K 0 9 2
35/565		C 0 4 B 35/56	1 0 1 P 4 G 0 0 1
H 0 5 B 3/14			1 0 1 X
			1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2001-150844(P2001-150844)

(22) 出願日 平成13年5月21日 (2001. 5. 21)

(71) 出願人 000219750

東海高熱工業株式会社

東京都新宿区西新宿 6 丁目14番 1 号

(72) 発明者 下山 暢寿

東京都新宿区西新宿 6 丁目14番 1 号 東海
高熱工業株式会社内

(74) 代理人 100071663

弁理士 福田 保夫 (外 1 名)

Fターム (参考) 3K092 PP20 QB09

4G001 BA22 BA71 BB22 BB71 BC13

BC52 BC54 BC71 BD01 BD23

BE02 BE22

(54) 【発明の名称】 高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 汚染を嫌う半導体分野などで使用される各種装置のヒータとして有用な、非汚染性の高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 平均粒子径100 μm 以下、Fe含有量10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを60～80重量%、平均粒子径2 μm 以下、Fe含有量30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを10～20重量%、平均粒子径1 μm 以下、Fe含有量200ppm以下の α 型炭化珪素粉末Cを10～20重量%の割合で混合した炭化珪素混合粉末に水を加えて混練し、調製したスラリーを鋳込み成形して得られた成形体を非酸化性雰囲気中1800～2200℃の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去して得られた炭化珪素焼結体からなることを特徴とする高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法。炭化珪素焼結体はFe含有量が10ppm 以下、室温での電気比抵抗が0.1 Ωcm 以下、密度が2.5g/cm³以上の物性を有していることが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを $60\sim 80$ 重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを $10\sim 20$ 重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cを $10\sim 20$ 重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末に水を加えて混練し、調製したスラリーを鑄込み成形して得られた成形体を非酸化性雰囲気中 $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去して得られた炭化珪素焼結体からなることを特徴とする高純度炭化珪素発熱体。

【請求項2】 炭化珪素焼結体が、Fe含有量 10ppm 以下、室温における電気比抵抗 $0.1\Omega\text{cm}$ 以下、密度 2.5g/cm^3 以上の物性を有する、請求項1記載の高純度炭化珪素発熱体。

【請求項3】 平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを $60\sim 80$ 重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを $10\sim 20$ 重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cを $10\sim 20$ 重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末に水を加えて混練し、調製したスラリーを鑄込み成形して得られた成形体を非酸化性雰囲気中 $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去することを特徴とする高純度炭化珪素発熱体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば汚染を嫌う半導体分野などで使用される各種装置のヒータとして有用な、非汚染性の高純度炭化珪素発熱体に関する。

【0002】

【従来の技術】炭化珪素焼結体は耐熱性、耐熱衝撃性、耐蝕性、高温強度特性などに優れており、また抵抗値が発熱体に適した値を有しているため、従来から高温用の抵抗発熱体として広く使用されている。

【0003】炭化珪素焼結体はSiC粉末を原料として、焼結助剤やバインダーを加えて混練し、混練物を押出し成形する方法やSiC粉末を水などの溶媒中に分散させたスラリーを石膏型などの吸水性の材料で作製した成形型に注入して成形する方法により作製した成形体を焼結する再結晶化法、あるいは、SiC粉末と炭素の混合粉末を成形し、成形体に高温で溶融した金属Siを熱処理して含浸させ、炭素とSiの固相-液相反応により生成したSiCの二次粒子によりSiC粉末を結合させる反応焼結法、などにより製造されている。

【0004】炭化珪素発熱体は、これらの方法により製造したロッド状、パイプ状、シート状などの所望形状の炭化珪素焼結体から形成されるが、反応焼結法により製

造される炭化珪素発熱体は成形体の形状が制約され、大型、複雑形状の発熱体の製造が困難である。一方、再結晶化法による炭化珪素焼結体は組織の緻密性に欠ける難点があり、発熱体として長期に亘って安定に使用することができないという欠点がある。

【0005】そこで、この欠点を解消するために、例えば特公昭59-23072号公報には再結晶炭化珪素体の表面にCVD法により、厚さ $10\mu\text{m}$ 以上の緻密質炭化珪素膜を形成した炭化珪素発熱体が提案されている。また、特開平4-248285号公報には再結晶質の炭化珪素体を減圧系内に保持し、加熱しながらハロゲン化有機珪素化合物を間欠的に供給して還元熱分解反応させるパルスCVI法により組織空洞および表面に緻密なアモルファスSiCを析出沈着させる炭化珪素発熱体の製造方法が開示されている。

【0006】しかしながら、これらの発熱体は汚染を嫌う半導体分野での使用を意図したものではないために、炭化珪素発熱体自身に含まれる不純物、例えばFeなどの金属不純物含有量が多く、緻密質炭化珪素膜に亀裂が発生したり、剥離が生じたりした場合には不純物の揮散により加熱装置内が汚染され、半導体製品に品質上のトラブルを発生させる大きな問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本出願人は、半導体製造用の各種ヒータとして好適な、非汚染性の高純度炭化珪素発熱体として、Fe含有量が 10ppm 以下、室温での電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下の多孔質炭化珪素を母材とし、その表面にCVD法による厚さ $60\sim 200\mu\text{m}$ の炭化珪素被膜が形成されてなる高純度炭化珪素発熱体、および粒子径範囲が $10\mu\text{m}$ 以下の炭化珪素粉末と水との混合スラリーを所定形状に成形し、成形体を温度 $800\sim 1300^\circ\text{C}$ のHC1ガス中に所定時間保持したのち非酸化性雰囲気下 $1800\sim 2000^\circ\text{C}$ の温度で加熱焼成し、次いで焼成体を酸処理して不純物を溶解除去して得られたFe含有量が 10ppm 以下、室温での電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下の多孔質炭化珪素を母材とし、その表面にCVD法により $60\sim 200\mu\text{m}$ の炭化珪素被膜を形成する高純度炭化珪素発熱体の製造方法（特開平10-287472号公報）を開発、提案した。

【0008】しかしながら、CVD法（CVI法）による炭化珪素被膜の形成は被膜生成能率が低いという難点がある。そこで、本発明者は、非汚染性の高純度炭化珪素発熱体の開発について更に研究を進めた結果、被膜生成能率の低いCVD法による炭化珪素被膜を形成することなく、組織構造が緻密で、高純度の炭化珪素発熱体の開発に成功した。すなわち、本発明の目的は、半導体分野などで使用される各種装置のヒータとして有用な、非汚染性の高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明による高純度炭化珪素発熱体は、平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを $60\sim 80$ 重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを $10\sim 20$ 重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cを $10\sim 20$ 重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末に水を加えて混練し、調製したスラリーを鋳込み成形して得られた成形体を非酸化性雰囲気中 $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去して得られた炭化珪素焼結体からなることを構成上の特徴とする。

【0010】なお、炭化珪素焼結体は、Fe含有量が 10ppm 以下、室温における電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下、密度が 2.5g/cm^3 以上の物性を有するものであることが好ましい。

【0011】また、本発明の高純度炭化珪素発熱体の製造方法は、平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを $60\sim 80$ 重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを $10\sim 20$ 重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cを $10\sim 20$ 重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末に水を加えて混練し、調製したスラリーを鋳込み成形して得られた成形体を非酸化性雰囲気中 $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去することを構成上の特徴とする。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の高純度炭化珪素発熱体は、粒度調整した平均粒子径の異なる炭化珪素粉末を用い、その金属不純物としてのFe含有量および混合割合を特定範囲に調整した原料炭化珪素粉末を用いてスラリー化し、スラリーを鋳込み成形した成形体を焼成し、得られた焼結体を酸処理して不純物を溶解除去して得られた再結晶質の炭化珪素焼結体からなるものである。

【0013】すなわち、本発明の高純度炭化珪素発熱体は、原料炭化珪素粉末として平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを $60\sim 80$ 重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを $10\sim 20$ 重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cを $10\sim 20$ 重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末が用いられる。

【0014】このような粒度特性の異なる炭化珪素粉末を使用するのは、焼結体の密度を高位に保持するためであり、例えば平均粒子径が $100\mu\text{m}$ を越えるものを使用した場合には焼結体の密度を 2.5g/cm^3 以上に保持

することが困難となる。そこで、本発明は平均粒子径が $100\mu\text{m}$ 以下、 $2\mu\text{m}$ 以下、および、 $1\mu\text{m}$ 以下の3種類の炭化珪素粉末を混合したものが用いられる。

【0015】一方、高純度 α 型炭化珪素粉末は高価であり、特に粒度が細かく、例えば平均粒子径が $1\mu\text{m}$ 以下、粒子径範囲が $6\mu\text{m}$ 以下の微細な高純度 α 型炭化珪素粉末では極めて高価格となるため、製造コストが増大し、不利になる。そこで、本発明は微細な原料炭化珪素粉末として価格が安く、入手が容易な通常の市販品を使用し、高価な高純度 α 型炭化珪素粉末には粒子径の大きな炭化珪素粉末が用いられる。

【0016】すなわち、高純度 α 型炭化珪素粉末として、平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 10ppm 以下の炭化珪素粉末Aと平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 30ppm 以下の炭化珪素粉末Bの2種類の炭化珪素粉末が用いられる。一方、微細な原料炭化珪素粉末としては、安価に入手可能な平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量 200ppm 以下の α 型炭化珪素粉末Cが用いられる。なお、平均粒子径は好ましくは、高純度 α 型炭化珪素粉末Aは $80\sim 100\mu\text{m}$ 、同Bは $1\sim 3\mu\text{m}$ であり、 α 型炭化珪素粉末Cは微細な程、焼結体の密度向上に有利となる。

【0017】これらの炭化珪素粉末A、B、Cは、Aを $60\sim 80$ 重量%、Bを $10\sim 20$ 重量%、Cを $10\sim 20$ 重量%の割合で混合して作成した炭化珪素混合粉末が原料として用いられる。このような混合割合に設定するのは、原料炭化珪素粉末中のFe含有量を低く抑え、とともに焼結体の密度を高く維持するためである。

【0018】この炭化珪素混合粉末は水と混合されて、充分に混練してスラリー化する。スラリーの調製は、成形型に注入し、鋳込み成形に好ましい適宜な粘度となるように炭化珪素混合粉末と水との量比が調節される。スラリーは、鋳込み成形により所望形状に成形したのち、成形体を不活性ガス、窒素ガスあるいは真空中などの非酸化性雰囲気中 $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度に所定時間、加熱保持して焼成される。焼成温度が 1800°C 未満では焼結が充分に行われず、焼結体の強度が低くなり発熱体として耐久性が不十分となり、一方焼成温度が 2200°C を越えると炭化珪素の分解が生じるためである。

【0019】次いで、焼結体を適宜濃度のフッ酸、硝酸あるいは塩酸などの溶液中に浸漬して、不純物が溶解除去される。この酸処理によりFeをはじめとする各種金属不純物が溶解除去されて、高純度の炭化珪素焼結体からなる発熱体が得られる。

【0020】本発明の高純度炭化珪素発熱体は、その物性としてFe含有量が 10ppm 以下、室温における電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下、密度が 2.5g/cm^3 以上の物性を備えていることが好ましい。

【0021】半導体分野などの各種装置に使用される発

熱体には、高純度で、装置内を汚染しない非汚染性が必要であり、特に金属不純物による汚染は、半導体の製品性能に重大な影響を与えることになる。そこで、炭化珪素焼結体の原料であるSiC粉末中に含まれる最も多い金属不純物であるFe不純物の含有量を低減化することにより、少なくとも炭化珪素焼結体中のFe含有量を10ppm以下とすることが好ましい。Fe含有量が10ppmを越えると、発熱体として使用時に熔融、気化したFeによる装置内の汚染が問題となるためである。

【0022】また、本発明の高純度炭化珪素発熱体は、発熱体としての必要な発熱特性を保持するために室温における電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下であり、また発熱体としての耐久寿命を確保するためにその密度が $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であることが好ましい。

【0023】このように本発明の高純度炭化珪素発熱体は、平均粒子径およびFe含有量の異なる2種類の高純度 α 型炭化珪素粉末A、Bと、微細な α 型炭化珪素粉末Cとを所定の割合で混合した炭化珪素混合粉末を原料として、鋳込み成形し、成形体を焼成し、更に酸処理して不純物を溶解除去して得られた炭化珪素焼結体から構成されており、好ましくはFe含有量が10ppm以下、室温における電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下、密度が $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上の物性を備えており、半導体分野などで好適に使用される非汚染性的高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法が提供される。

【0024】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0025】実施例1

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを70重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを20重量%、平均粒子径 $0.7\mu\text{m}$ 、Fe含有量160ppmの市販の α 型炭化珪素粉末Cを10重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末100重量部に純水20重量部を加えて、ボールミルで18時間混練してスラリーを調製した。このスラリーを石膏型に流し込み、鋳込み成形したのち離型、乾燥して、外径20mm、内径10mm、高さ200mmの円筒状成形体を作製した。この成形体を窒素ガス雰囲気中2000℃の温度に加熱して焼成した。得られた焼結体をフッ酸/硝酸の混酸溶液に18時間浸漬して酸処理したのち、純水で十分に洗浄、乾燥して炭化珪素焼結体を製造した。

【0026】実施例2

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを70重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを10重量%、平均粒子径 $0.7\mu\text{m}$ 、Fe含有量160ppmの市販の α 型炭化珪素粉末Cを20重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他

は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0027】比較例1

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを50重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを50重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0028】比較例2

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを60重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを40重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0029】比較例3

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを70重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを30重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0030】比較例4

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを80重量%、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを20重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0031】比較例5

平均粒子径 $96\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの市販の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを70重量%、平均粒子径 $0.7\mu\text{m}$ 、Fe含有量160ppmの市販の α 型炭化珪素粉末Cを30重量%、の割合で混合した原料炭化珪素混合粉末を用いた他は、全て実施例1と同じ方法によりスラリーの調製、鋳込み成形、焼成、および酸処理を行って、炭化珪素焼結体を製造した。

【0032】比較例6

酸処理を施さない他は、全て実施例1と同じ方法により炭化珪素焼結体を製造した。

【0033】このようにして製造した炭化珪素焼結体について、Fe含有量、室温における電気比抵抗、および、密度を測定した。得られた結果を、製造条件と対比して、表1に示した。

【0034】

【表1】

例No.	原料炭化珪素混合粉末 (重量%)			酸処理の有無	炭化珪素焼結体		
	A*1	B*2	C*3		Fe含有量 (ppm)	電気比抵抗 (Ωcm)	密度 (g/cm^3)
実施例1	70	20	10	有	9	0.045	2.53
実施例2	70	10	20	有	10	0.046	2.55
比較例1	50	50	—	有	9	0.042	2.27
比較例2	60	40	—	有	8	0.043	2.33
比較例3	70	30	—	有	9	0.043	2.38
比較例4	80	20	—	有	7	0.045	2.40
比較例5	70	—	30	有	27	0.048	2.55
比較例6	70	20	10	無	30	0.045	2.54

表注；

*1 平均粒子径 $9.6\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの高純度 α 型炭化珪素粉末*2 平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの高純度 α 型炭化珪素粉末*3 平均粒子径 $0.7\mu\text{m}$ 、Fe含有量160ppmの α 型炭化珪素粉末

【0035】表1の結果から、平均粒子径 $9.6\mu\text{m}$ 、Fe含有量10ppmの高純度 α 型炭化珪素粉末Aを70重量%に、平均粒子径 $1.9\mu\text{m}$ 、Fe含有量26ppmの高純度 α 型炭化珪素粉末Bを20重量%、平均粒子径 $0.7\mu\text{m}$ 、Fe含有量160ppmの α 型炭化珪素粉末Cを10重量%、あるいは、高純度 α 型炭化珪素粉末Bを10重量%、 α 型炭化珪素粉末Cを20重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末を原料として用いてスラリーを調製し、鋳込み成形した成形体を窒素ガス雰囲気中で 2000°C の温度で焼成し、更に酸処理を施した実施例1、2の炭化珪素焼結体はFe含有量、室温における電気比抵抗、密度などの物性が高純度発熱体として好ましい物性を備えていることが判る。

【0036】これに対して、微細な α 型炭化珪素粉末Cを配合しない炭化珪素混合粉末を原料として用いた比較例1～4では焼結体の密度が低く、また、高純度 α 型炭化珪素粉末Bを配合せず、微細な α 型炭化珪素粉末Cを30重量%配合した炭化珪素混合粉末を原料として用いた比較例5では焼結体の密度は高くなるが、Fe含有量が多くなることが認められる。なお、実施例1と比較例

6との対比から、酸処理を施さない比較例6では焼結体のFe含有量が多くなることが認められる。

【0037】

【発明の効果】以上のとおり、平均粒子径 $100\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量10ppm以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Aを60～80重量%、平均粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量30ppm以下の高純度 α 型炭化珪素粉末Bを10～20重量%、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 以下、Fe含有量200ppm以下の α 型炭化珪素粉末Cを10～20重量%、の割合で混合した炭化珪素混合粉末を原料として用い、この原料に水を加えて混練し、調製したスラリーを鋳込み成形して得られた成形体を、非酸化性雰囲気中で $1800\sim 2200^\circ\text{C}$ の温度で焼成し、次いで焼結体を酸処理して不純物を溶解除去して得られた炭化珪素焼結体からなる本発明の高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法によれば、例えば、Fe含有量が10ppm以下、室温における電気比抵抗が $0.1\Omega\text{cm}$ 以下、密度が $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上の物性を有しており、例えば汚染を嫌う半導体分野などで使用される各種装置の高純度炭化珪素発熱体およびその製造方法として極めて有用である。